



(11) 1.569.456

BREVET D'INVENTION

- (21) N° du procès verbal de dépôt 156.273 - Paris.
(22) Date de dépôt 24 juin 1968, à 15 h 19 mn.
Date de l'arrêté de délivrance 21 avril 1969.
(46) Date de publication de l'abrégé descriptif au
Bulletin Officiel de la Propriété Industrielle. 30 mai 1969 (n° 22).
(51) Classification internationale A 23 I 1/00.
- (54) **Procédé pour préparer des nouvelles compositions édulcorantes présentées en morceaux.**
- (72) Invention :
- (71) Déposant : Société Anonyme dite : ORSYMONDE, résidant en France (Seine).
- Mandataire : Cabinet Beau de Loménie, Ingénieurs-Conseils, 55, rue d'Amsterdam,
Paris (8^e).
- (30) Priorité conventionnelle :
- (32) (33) (31) *Brevet déposé en Grande-Bretagne le 4 juillet 1967, n° 30.790/1967 et le
31 mai 1968, n° 26.344/1968 au nom de la demanderesse.*

La présente invention concerne un procédé pour préparer des nouvelles compositions édulcorantes ou sucrantes acaloriques renfermant notamment en association certains édulcorants de synthèse, ainsi que des excipients. L'invention concerne en particulier le
5 procédé de préparation desdites compositions et leurs modes de présentation en morceaux de forme régulière.

Par l'expression "substance édulcorante ou sucrante artificielle", on désigne certaines combinaisons qui ne se trouvent pas dans la nature et sont obtenues par synthèse chimique. Une telle
10 substance possède un goût sucré parfois plus élevé que celui du saccharose, sans avoir la valeur nutritive correspondante.

Leur emploi est utile au traitement diététique des malades qui doivent éviter l'ingestion du sucre, notamment pour sucrer les boissons.

15 Les cas de maladies visées à cet égard sont par exemple certaines diarrhées, l'obésité alimentaire et le diabète.

L'emploi d'un simple comprimé présente chez certains de ces malades un désagrément. Aussi des efforts ont déjà été faits pour donner aux substances sucrantes artificielles un aspect qui se
20 rapproche de celui des morceaux de sucre naturel.

C'est à cet effet, notamment, que l'on a préparé des morceaux de sucre, associés à de la saccharine, agglomérés et soufflés, selon un procédé de fabrication analogue à celui employé pour obtenir des "puffed wheats" à partir des céréales. L'inconvénient de tels
25 produits est qu'ils contiennent encore du saccharose.

Selon une caractéristique de la présente invention, on propose maintenant un procédé pour préparer des nouvelles compositions édulcorantes ou sucrantes artificielles permettant de pallier les désavantages des compositions connues.

30 Le procédé de la présente invention permet plus particulièrement de préparer des compositions édulcorantes ou sucrantes artificielles, à base de saccharinates de métaux tels que le sodium, sous la forme nouvelle de produits ayant l'aspect du sucre en morceaux. Cette présentation offre notamment une facilité d'emploi et un
35 avantage d'ordre psychologique pour les malades traités avec les agents édulcorants acaloriques; lesdites compositions présentent en outre les propriétés de dissolution instantanée dans l'eau et les boissons, par suite de leur nature poreuse.

Les compositions préparées selon la présente invention
40 constituent des formes nouvelles de présentation au public, en tant que morceaux d'agents édulcorants présentés en bacs individuels comprenant chacun un nombre déterminé de morceaux de ladite composi-

tion. A titre d'exemple, chaque bac comporte 25 à 50 morceaux de ladite composition.

Selon une autre caractéristique, la présente invention concerne le procédé de préparation des morceaux de ladite composition directement dans les alvéoles de présentation.

Les nouvelles compositions édulcorantes préparées selon la présente invention comprennent essentiellement comme agent édulcorant un dérivé de la saccharine, de préférence le saccharinate de sodium. Les compositions peuvent renfermer en outre en particulier le phloroglucinol. Les adjuvants et les excipients qui entrent par ailleurs dans lesdites compositions comprennent notamment des polymères naturels ou synthétiques, comme la gomme arabique, et tout particulièrement des substances hydrophiles et mouillantes permettant d'améliorer la caractéristique de dissolution instantanée des produits finals. On peut mentionner parmi les substances de cette classe, par exemple, les agents tensio-actifs non ioniques tels que les poly-oxy-éthylène-poly-oxy-propane-diol-1,2 mis dans le commerce sous le nom de Pluronic par la Firme Wyandotte, en particulier le Pluronic F 68, encore désigné sous le nom de RC 102, et l'alcool polyvinylique, notamment le produit mis dans le commerce sous le nom de Rhodiovul 25/100 par la Société Rhône-Poulenc. Les compositions de l'invention renferment également des agents correcteurs de goût de la saccharine, choisis notamment parmi les cyclamates de sodium, calcium et magnésium, le glyocolle et la vanilline ou analogues.

On peut également adjoindre auxdites compositions des traces de correcteurs du goût un peu amer de la saccharine sous formes de substances salées, par exemple le chlorure de sodium. On préfère utiliser le glyocolle en quantités égales au maximum à 60% du poids total de la masse édulcorante. La vanilline est au minimum présente à raison de 0,5°/ooo, et de préférence 1°/ooo du poids total de la masse édulcorante. Aux concentrations de vanilline inférieures aux limites précitées, l'arrière goût de la saccharine n'est pas masqué tandis qu'aux concentrations supérieures, le goût de la vanilline est trop marqué.

En ce qui concerne tout particulièrement le phloroglucinol, le saccharinate de sodium, et les cyclamates, il convient de remarquer qu'il s'agit de substances connues pour leur propriété sucrante et leur très faible toxicité. Leur utilisation est donc préférée dans le cadre de la présente invention.

40

Selon une caractéristique de la présente invention, le procédé pour préparer les compositions en morceaux consiste essentiellement en ce que les solutions aqueuses des ingrédients choisis pour former lesdites compositions sont soumises à une lyophilisation dans des bacs comprenant une série d'alvéoles de conformation c'est-à-dire des alvéoles individuels aux dimensions convenables pour servir de réceptacles aux morceaux de produit final. Ce procédé permet de réaliser en une seule opération un produit cellulaire présenté en morceaux. En effet, les compositions obtenues conservent le volume de la solution initiale délimité par chaque alvéole individuel, tandis que l'air a remplacé à la fin de l'opération l'eau de la solution ce qui confère la porosité au produit.

Le mode de réalisation fondamental des compositions de l'invention est le suivant :

On prépare une solution aqueuse répondant à la formule suivante, de telle manière que le volume de produit final contienne les principes actifs de la dose unitaire; à cette solution on ajoute différents excipients en quantité variable, de telle façon que chaque soluté obtenu réponde à la formule générale désirée.

On met alors en oeuvre le procédé de la présente invention en congelant la solution aqueuse de départ placée dans les bacs à basse température, c'est-à-dire à -40°C environ, puis on les soumet à une cryodesiccation ou lyophilisation sous un vide profond d'environ 10^{-2} mm de Hg, de telle sorte que l'apport de calories nécessaires à la sublimation de l'eau se fasse en évitant que la température ne s'élève au-dessus du point de congélation du produit.

Selon un autre mode de mise en oeuvre du procédé de la présente invention, les cloisonnements des bacs de préparation délimitant les alvéoles individuels sont siliconés, ce qui évite le collage des blocs ou des morceaux de produit final sur les parois des cloisonnements et facilite leur extraction en fin d'opération. La demanderesse a en effet constaté d'une manière surprenante que l'on obtient des résultats meilleurs du point de vue de la facilité d'extraction des blocs ou des morceaux de produit édulcorant final et en conséquence du point de vue du maintien dudit produit en morceaux de forme régulière désirée.

On a trouvé qu'il est particulièrement avantageux de choisir à cet effet le silicone mis dans le commerce par la Société Rhône-Poulenc sous le nom de Rhodorsil résine 4 673 ou Rhodorsil EIP 35%. Ce silicone présente notamment les propriétés suivantes :

Son extrait sec est de 73%; il est soluble dans : white spirit-butanol; il peut être dilué dans les diluants (thinners)

suivants : acétate d'éthyle, hydrocarbures aromatiques, aliphatiques, chlorés; sa densité à 20°C (specific gravity at 20°C) est d'environ 1,00; sa viscosité à 20°C (cSt) est égale à 7/15; son point d'inflammabilité (flash point) est égal à 34; les conditions de séchage se font hors poussière en 4 h environ (Tack-free after about 4 h); les conditions de polymérisation (curing conditions) sont de 24 h à 20°C ou 30 mm à 140°C.

La présente invention permet en outre d'améliorer les caractéristiques physiques, notamment la consistance et la structure des compositions édulcorantes.

Ainsi, en choisissant de façon convenable les excipients cités ci-dessus, on peut apporter une certaine consistance à la masse, ce qui est utile à son conditionnement ultérieur.

Enfin, la congélation des solutions peut être faite dans des conditions convenables afin d'en modifier la structure et augmenter la finesse des cristaux. Par exemple, on peut effectuer la congélation sur plateaux vibrants, mûs par des vibrations électromagnétiques ou des ultrasons.

Le matériau choisi pour la confection des bacs est de préférence le PVC, (chlorure de polyvinyle non plastifié - qualité alimentaire - épaisseur 500 microns).

Ce matériau a été choisi en raison de sa rigidité, de sa bonne imperméabilité aux gaz et à la vapeur d'eau, de sa conductibilité thermique suffisante. Il a été testé et on a observé qu'il ne souffrait pas dans son aspect ni dans sa capacité au scel-
lage d'avoir subi le refroidissement poussé inhérent à la technique de lyophilisation. On a observé également que les morceaux de la composition de l'invention ne collent pas après lyophilisation aux parois du PVC. On peut également utiliser comme matériau pour les bacs le polyéthylène basse pression, qui n'est pas modifié non plus par un refroidissement intense, se scelle très convenablement, ne colle pas à la composition de l'invention, mais n'a pas la rigidité du PVC.

Les cloisonnements peuvent être réalisés en PVC, par exemple le PVC opaque; en métal, par exemple l'acier inoxydable, le laiton argenté ou autre matériau convenable. Comme indiqué ci-dessus, on utilise de préférence un cloisonnement siliconé.

Pour présenter, la composition édulcorante de l'invention dans sa forme d'emploi deux groupes de présentation ont été mis en oeuvre :

Le premier groupe repose sur le fait que l'opération de lyophilisation est réalisée dans les alvéoles mêmes qui servent

de réceptacles aux morceaux de composition selon l'invention, dans la présentation au public.

Pour les présentations du second groupe, la lyophilisation est réalisée de façon classique et permet d'obtenir des
5 plaques de grandes dimensions qui doivent être massicotées à la sortie de l'appareil à lyophiliser et divisées en petits morceaux. Le conditionnement des bacs peut être effectué comme suit.

Les bacs sortant de l'appareil à lyophiliser sont reçus dans une salle dont l'air est conditionné, et sertis dans
10 cette salle, avec une feuille d'aluminium 30 millièmes laqué PVC.

Ensuite, les bacs sertis sont placés dans un étui pliant.

Selon un autre mode de mise en oeuvre, lorsqu'on utilise notamment les cloisonnements siliconés dans le procédé, les
15 opérations de conditionnement sont les suivantes : On sort les bacs de l'appareil à lyophiliser. On place sur les blocs ou les morceaux de composition finale un coussin de cellulose, un prospectus, une petite pointe plastique, pour permettre à l'utilisateur de "piquer" chaque petit bloc. On place sur un bac de réception un couvercle
20 enveloppant. On clôt la boîte ainsi formée par une bandellette de matériau adhésif, par exemple un adhésif cellulosique connu sous le nom commercial de "Scotch". Eventuellement, on place la boîte dans un étui en carton pliant auquel est jointe une petite boîte en matière plastique "ambulatoire", comportant quelques blocs supplémentaires,
25 par exemple 5 morceaux pour une boîte principale de 50 morceaux.

A titre d'exemple, un bac de présentation à les dimensions suivantes : profondeur 10 mm environ, largeur 50 mm environ et longueur 125 mm environ.

A l'intérieur du bac de présentation sont disposées
30 des cloisons, par exemple 4 cloisons longitudinales et 4 cloisons transversales délimitant 25 alvéoles en forme de parallélépipèdes rectangles destinés à recevoir les morceaux de la composition édulcorante de l'invention.

Dans ce cas, les morceaux obtenus ont la forme d'un
35 parallélépipède rectangle de dimensions : 25 x 10 x 8 mm environ. Leur volume est de 2 ml, environ.

On peut bien entendu faire varier les dimensions des bacs et des alvéoles selon les produits désirés.

On peut également faire varier la forme des alvéoles
40 et conférer ainsi aux morceaux de produit la forme régulière recherchée.

Ainsi, par exemple, on peut réaliser des présentations de 50 morceaux de 1 cm^3 chacun environ.

Dans certains cas, il est préférable de présenter l'édulcorant acalorique sous forme de morceaux plus gros qui se rapprochent ainsi de certaines variétés de morceaux de sucre du commerce. Le résultat est obtenu en diluant davantage les matières premières c'est-à-dire en employant une plus grande quantité d'eau. On peut ainsi obtenir des morceaux de $1,6 \text{ cm}^3$ environ en diluant davantage les mêmes quantités d'ingrédients de départ que ceux utilisés pour préparer les petits morceaux de 1 cm^3 .

On peut mettre en oeuvre le groupe de présentation issu d'une lyophilisation dans les blocs de réception, par exemple selon l'un des quatre modes de réalisation A à D ci-après.

- A- Les bacs en PVC comportent un cloisonnement de 25 à 50 alvéoles lui-même en PVC et restant solidaire du bac.
Le modèle commercial présente donc 25 à 50 parallélépipèdes de composition selon l'invention dont chacun est logé dans un petit alvéole en PVC.
- B- La lyophilisation est faite dans les bacs en PVC dans lesquels on a placé, après remplissage avec la quantité de liquide nécessaire, un cloisonnement amovible en inox.
Lorsque la lyophilisation est terminée, on enlève, en salle conditionnée, le cloisonnement qui se détache très facilement. On peut effectuer ensuite un sertissage comme indiqué ci-dessus.
- C- La lyophilisation est faite dans des bacs PVC sans cloisonnement. A la sortie de l'appareil à lyophiliser, toujours en salle conditionnée, on sépare par massicotage, dans le bac même qui a servi à la lyophilisation, le bloc contenu dans ce bac en 25 à 50 morceaux de même volume.
- D- La lyophilisation est faite dans les bacs en PVC comportant sur le fond intérieur des nervures qui divisent ce fond en 25 à 50 rectangles égaux. Ces bacs peuvent être sertis comme indiqués ci-dessus. Lorsque l'utilisateur a enlevé la feuille en aluminium de sertissage, il retourne l'alvéole et se trouve devant une plaque d'un seul bloc mais divisée par des sillons en creux en 25 à 50 rectangles qu'il est alors facile de casser individuellement.

Selon un mode de mise en oeuvre du second groupe de présentation issu d'une lyophilisation classique, les plaques sortant de l'appareil à lyophiliser sont stockées en salle conditionnée et coupées par massicotage en parallélépipèdes rectangles de 1 ou 2 centimètres cubes.

Les parallélépipèdes sont enveloppés individuellement dans une feuille d'aluminium et conditionnés par 25 à 50 dans un étui-carton.

5 Les exemples suivants sont indiqués à titre d'illustration de la présente invention et ne sont nullement destinés à la limiter dans son cadre et son esprit.

Les exemples 1, 2, 8 à 10 concernent la mise en oeuvre du procédé de l'invention avec des cloisonnements siliconés.

10 Les exemples 3 à 7 font état de réalisations effectuées dans le cadre de la présente invention sans siliconage des cloisonnements.

EXEMPLE 1

On a effectué des essais de mise en oeuvre du procédé de l'invention au laboratoire avec un appareil de lyophilisation mis dans le commerce sous la désignation Sogev-Serail RP 2. Les bacs utilisés sont en chlorure de polyvinyle (PVC). On réalise un cloisonnement en matériau métallique tel que le laiton argenté, comportant une "dépouille", destinée à faciliter l'extraction des blocs de produit final, et siliconé avec le Rhodorsil EIP 35%. A cet effet, on procède au revêtement des parois du cloisonnement métallique par le silicone en pratiquant successivement une dissolution du composé dans l'eau permutée à 10%, un trempage du cloisonnement dans la solution pendant 2 minutes, un égouttage, un enveloppement dans une feuille d'aluminium, et une polymérisation pendant 1 heure à 180°C.

L'opération de lyophilisation est effectuée comme suit avec les solutions aqueuses renfermant les agents édulcorants et les excipients définis ci-dessus.

30 On refroidit l'ensemble bac et cloisonnement dans la cuve de l'appareil à lyophiliser. On atteint la température de -45°C environ, en 15 minutes. On remplit le bac avec 50 ml de solution à traiter et on y introduit le cloisonnement.

On replace le tout dans l'enceinte froide. La masse atteint la température de -35°C en 1/2 heure environ. D'une manière favorable, la congélation doit être la plus rapide possible. On arrête le refroidissement et l'on met en route le chauffage normal. La température de la masse se maintient à -25°C pendant plusieurs heures. Pendant ce temps la température d'ambiance passe de -40°C à +5° ou +10°C.

40 Le vide utilisé pendant l'opération est d'environ 10⁻² mm de Hg. On laisse l'opération de lyophilisation se poursuivre pendant 12 heures. Le lendemain, la température de la masse a alors

rejoint la température d'ambiance au voisinage de 20°C. La lyophilisation est terminée.

Le produit obtenu par lyophilisation n'est pas particulièrement hygroscopique. Il n'est donc pas nécessaire d'effectuer l'extraction des bacs à partir de l'appareil à lyophiliser dans une atmosphère très sèche. Une ambiance dont le degré hygrométrique est de l'ordre de 50° convient.

On procède au conditionnement des morceaux de produit final selon les méthodes indiquées ci-dessus.

10 EXEMPLE 2

Cet exemple est plus particulièrement consacré à un mode de présentation industrielle des produits de l'invention.

Dans ce cas, le produit est présenté dans un bac en PVC (d'épaisseur 500 microns), opaque, d'une contenance d'environ 55 ml. Le matériau choisi c'est-à-dire le PVC est du chlorure de polyvinyle non plastifié de qualité alimentaire. Cette barquette reçoit un cloisonnement qui est également réalisé en PVC opaque et qui permet d'individualiser 50 petits solides ayant la forme d'une pyramide tronquée et un volume d'environ 1 cm³. Le bac est recouvert d'un couvercle en PVC opaque ou transparent.

EXEMPLE 3

On met en oeuvre le procédé de l'invention en préparant la composition de formulation suivante :

	Pour 100g de solution, avant lyophilisation	Par morceau de 2ml, de volume après lyophilisation
25 Cyclamate de sodium	12,500 g	0,250 g
Saccharinate de sodium	1,250 g	0,025 g
Phloroglucinol	0,005 g	0,0001g
30 Gomme arabique	10,000 g	0,20 g
Pluronic F 68 mis dans le commerce par la firme (Wyandotte)	2,500 g	0,05 g
Eau q.s.p. 100 ml		
35		0,5251g

EXEMPLE 4

On réalise la même formulation qu'à l'exemple 1, mais sans phloroglucinol, qui est remplacé par 0,01g de chlorure de sodium pour 2 ml de produit final après lyophilisation.

EXEMPLE 5

On met en oeuvre le procédé de l'invention avec les ingrédients suivants :

	Phloroglucinol	0,01 g
5	Saccharinate de sodium	1 g
	Cyclamate de sodium	12,5 g
	Gomme arabique	5 g
	Rhodoviol 25/100 (Alcool poly- vinylique, mis dans le commerce par la Société Rhône-Poulenc)....	1 g
10	Eau q.s.p. 100 ml	

EXEMPLE 6

On met en oeuvre le procédé de l'invention avec les ingrédients suivants :

	Phloroglucinol	0,005 g
15	Saccharinate de sodium	1,25 g
	Cyclamate de calcium	12,5 g
	Gomme arabique	5 g
	Rhodoviol 25/100	1 g
	Glycocolle	5 g
20	Eau q.s.p. 100 ml	

EXEMPLE 7

On met en oeuvre le procédé de l'invention avec les ingrédients suivants :

	Phloroglucinol	0,005 g
25	Saccharinate de sodium	1,25 g
	Cyclamate de sodium	12,5 g
	Gomme arabique	8 g
	Glycocolle	5 g
	Eau q.s.p. 100 ml	

30 Dans les exemples 3 à 7 précités, la quantité d'édulcorant a été calculée de telle sorte qu'un morceau de la composition selon la présente invention a environ le pouvoir sucrant de deux morceaux de sucre normal, (soit 2 fois 5 g). C'est-à-dire qu'un pouvoir sucrant d'environ 250 g de sucre correspond à un bac de
35 25 morceaux de la composition de l'invention, chaque morceaux ayant un volume d'environ 2 ml comme indiqué dans le texte ci-dessus.

EXEMPLE 8

Préparation d'une composition édulcorante exempte de cyclamate en petits morceaux.

40 On prépare une solution aqueuse renfermant pour 50 ml de solution, les ingrédients suivants :

	<u>Ingrédients</u>	<u>Poids en g</u>
	Saccharinate de sodium	1,25
	RC-102	0,7485
5	Glycocolle	8,0
	Gomme arabique	5,0
	Vanilline	0,0015
	Eau q.s.p. 50 ml	50 ml

- On soumet la solution ainsi obtenue au mode opératoire de l'exemple 1, et l'on obtient des cubes de composition édulcorante ayant la composition suivante pour un cube de volume de 1 cm³.

	<u>Ingrédients</u>	<u>Poids en g</u>
	Saccharinate de sodium	0,025
	RC-102	0,01497
15	Glycocolle	0,16
	Gomme arabique	0,10
	Vanilline	0,00003
	Poids total du cube	0,30000 g

- Chaque cube a un pouvoir sucrant qui équivaut environ à celui de 7,50 g de sucre (1 gros morceau n° 3 du commerce, ou 1 1/2 petit morceau n° 4 du commerce).

Les cubes préparés selon le présent exemple sont considérés comme des "petits" morceaux.

Dimensions approximatives :

25	Grande surface	12 mm x 10 mm
	Epaisseur	10 mm
	Volume	1,0 cm ³
	Poids	0,30 g

EXEMPLE 9

- 30 Préparation d'une composition édulcorante exempte de cyclamate en gros morceaux.

On prépare une solution aqueuse avec les ingrédients de l'exemple 3, en utilisant toutefois une dilution plus grande par l'eau.

- 35 En procédant avec le mode opératoire de l'exemple 1, on obtient des cubes de composition édulcorante ayant la composition suivante pour un volume de 1,6 cm³ environ.

	<u>Ingrédients</u>	<u>Poids en g</u>
	Saccharinate de sodium	0,025
	RC-102	0,023
	Glycocolle	0,265
5	Gomme arabique	0,157
	Vanilline	<u>0,000047</u>
	Poids total du cube	0,470047

Les cubes préparés selon le présent exemple sont considérés comme des "gros morceaux".

10	<u>Dimensions approximatives :</u>	
	Grande surface	15 mm x 13 mm
	Epaisseur	10 mm
	Volume	1,6 cm ³
	Poids	0,47 g

15 EXEMPLE 10

Préparation d'une composition édulcorante renfermant du phloroglucinol mais exempte de cyclamate.

On procède comme aux exemples précités en utilisant toutefois une solution aqueuse avec les ingrédients suivants :

20	<u>Ingrédients</u>	<u>Poids en mg</u>
	Phloroglucinol	0,0025
	Saccharinate de sodium	1,25
	RC-102	0,7485
	Glycocolle	8
25	Gomme arabique	5
	Vanilline	0,0015
	Eau q.s.p. 50 ml	50 ml

On obtient finalement les compositions édulcorantes suivantes :

30	<u>Ingrédients</u>	<u>Poids en g pour un cube de 0,3 g environ (petit morceau)</u>	<u>Poids en g pour un cube de 0,47 g environ (grand morceau)</u>
	Phloroglucinol	0,0005	0,00065
35	Saccharinate de sodium	0,025	0,025
	RC-102	0,015	0,023
	Glycocolle	0,16	0,265
	Gomme arabique	0,10	0,157
	Vanilline	0,00003	0,000047

Les compositions préparées selon les exemples précédents ont fait l'objet d'essais notamment de dégustation. Les résultats obtenus montrent qu'elles constituent des agents édulcorants caloriques très satisfaisants. En particulier, le pouvoir sucrant
5 des compositions de l'invention est excellent.

EXEMPLE 11

Préparation d'une composition édulcorante en morceaux d'une grande dureté et très peu friables, en partant non plus
10 d'une solution très diluée, mais d'une solution ayant une consistance moins fluide.

On procède comme suit à partir des ingrédients ci-après :

	Saccharinate de sodium	2 g
15	Gomme arabique en poudre	3 g
	Glycocolle en cristaux fins	55 g
	Eau	15 g

Le saccharinate est finement pulvérisé, puis mélangé à la gomme arabique elle-même en poudre fine. On ajoute selon l'art
20 le glycocolle (en cristaux fins pour éviter des grumeaux), quand le mélange des poudres est terminé, on incorpore l'eau. On obtient un liquide pâteux qui est incorporé dans les bacs permettant la lyophilisation. Celle-ci est pratiquée dans le congélateur à -18°C.

La quantité ci-dessus indiquée permet de remplir
25 un bac en matière plastique de 50 ml.

La suite des opérations est effectuée comme dans les exemples précédents.

EXEMPLE 12

30 Préparation d'une composition édulcorante en morceaux très peu friables.

On utilise les ingrédients suivants :

	Saccharinate de sodium	0,025 g
	R.C. - 102	0,023 g
35	Glycocolle	0,6875g
	Gomme arabique	0,0375g
	Vanilline	0,00004g

L'eau à incorporer pour obtenir un liquide pâteux comme à l'exemple 11 est de 0,1875 g (c'est-à-dire environ 24% du poids de la masse sèche). L'alcool éthylique à 95° nécessaire pour dissoudre la vanilline est de 0,004 g . La solution alcoolique de vanilline est incorporée dans la masse comme l'eau.

On peut faire les quantités de glyocolle, de gomme arabique et d'eau incorporée dans les proportions suivantes en pourcentage de masse sèche dans la formule contenant 3,20 g % de saccharinate de sodium :

glyocolle	de 70 à 95 g %	du poids de la masse sèche			
gomme arabique ...	0,5 à 15 g %	"	"	"	"
eau incorporée ...	3 à 75 g %	"	"	"	"

La lyophilisation est effectuée comme à l'exemple 11.
Les formules de morceaux de composition édulcorante correspondant aux exemples précités peuvent en outre servir d'excipients pour des médicaments ou des aliments.

RESUME

La présente invention concerne :

- I - Un procédé pour préparer des compositions d'agents édulcorants sous une forme géométrique régulière, ayant l'aspect du sucre en morceaux, ledit procédé étant caractérisé par les points suivants considérés isolément ou en combinaison :
- 1°/ On met des ingrédients de départ, constitués par les agents édulcorants et des excipients, en solution aqueuse, on lyophilise les solutions aqueuses obtenues et on transforme les produits lyophilisés en morceaux de forme régulière choisie parmi les parallélépipèdes, cubes, pyramides tronquées et analogues.
 - 2°/ On effectue la transformation du produit lyophilisé en morceaux par massicotage.
 - 3°/ La lyophilisation est effectuée dans des bacs servant d'emballages pour la présentation des morceaux.
 - 4°/ La lyophilisation est réalisée dans des bacs comportant sur leur fond intérieur des nervures et dans le produit lyophilisé, les contours des morceaux finals, à casser individuellement, sont dessinés par lesdites nervures en sillons creux rectangulaires.
 - 5°/ La transformation de la composition en morceaux est effectuée de préférence pendant la lyophilisation dans des bacs munis de cloisonnements délimitant des alvéoles de conformation des morceaux.
 - 6°/ Les cloisonnements sont solidaires des bacs.
 - 7°/ Les cloisonnements sont amovibles.

8°/ Le bac et les cloisonnements sont réalisés en matière plastique.

9°/ Les cloisonnements sont réalisés en métaux et alliages.

10°/ La matière plastique est choisie parmi le chlorure de polyvinyle et le polyéthylène basse pression.

11°/ Les métaux et alliages sont choisis parmi l'acier inoxydable et le laiton argenté.

12°/ Les cloisonnements sont munis d'un revêtement en silicone.

13°/ Le silicone est le produit connu dans le commerce sous le nom de Rhodorsil résine 4673.

- II - A titre de produits industriels nouveaux :
les compositions édulcorantes, présentées en morceaux, à caractéristique de dissolution instantanée dans l'eau, préparées selon le procédé défini en I, et notamment :
- a) les compositions édulcorantes présentées dans les bacs de lyophilisation sans cloisonnement.
 - b) les compositions édulcorantes présentées dans les bacs de lyophilisation, et logées dans leurs alvéoles délimités par les cloisonnement.
 - c) les compositions édulcorantes en morceaux caractérisées par leur texture très dure et peu friable, obtenues à partir de solutions aqueuses à faible dilution et en lyophilisant aux environs de -18°C .
- III - Les excipients édulcorants en morceaux à caractère de dissolution instantanée dans l'eau et les boissons, pour médicaments et aliments, caractérisés en ce qu'ils renferment les compositions selon II.

THIS PAGE BLANK (USPTO)